## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2000-087069

(43) Date of publication of application: 28.03.2000

(51)Int.Cl.

C10M169/04 //(C10M169/04 C10M105:02

C10M155:02 C10N 30:08 C10N 40:04

(21)Application number: 10-253630

(71)Applicant: IDEMITSU KOSAN CO LTD

(22)Date of filing:

08.09.1998

(72)Inventor: HATA KAZUSHI

**SEIKI TAKAMICHI** 

### (54) LUBRICATING OIL COMPOSITION

#### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a lubricating oil compsn. which, when prepd. by using a base oil having a high solubility, has stable antifoaming properties even at high temps. and which is suitable for an automotive transmission oil by using a synthetic hydrocarbon oil having a specified viscosity gravity constant as the base oil and by compounding a specified amt. of a polyfluoroalkylsiloxane having a specified density into the compsn.

SOLUTION: A synthetic hydrocarbon oil having a viscosity gravity index of 0.85 or higher is used as the base oil, and 5–30 wt.ppm (based on the compsn.) polyfluoroalkylsiloxane having a density of 1.15 g/cm<sup>3</sup> or higher at 15° C is compounded. A polyfluoroalkylmethylsiloxane is pref. as the polyfluoroalkylsiloxane, and a 3,3,3–trifluoropropyl group is a pref. fluoroalkyl group. The compsn. is prepd. by compounding about 1 wt.% polyfluoroalkylsiloxane into a base oil, finely dispersing with a Homomixer or a homogenizer to a particle size of 10 μm or lower to give a concentrate, and compounding the concentrate in a specified amt. into a base oil.

# (19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号 特期2000-87069

(P2000-87069A)

(43)公開日 平成12年3月28日(2000.3.28)

(51) Int.Cl.7

識別記号

FΙ C 1 0 M 169/04 テーマコート\*(参考) 4H104

C 1 0 M 169/04 // (C 1 0 M 169/04

105:02

155:02)

C 1 0 N 30:08

審査請求 未請求 請求項の数2 〇L (全 5 頁) 最終頁に続く

(21)出職番号

特願平10-253630

(71)出願人 000183646

出光興産株式会社

(22) 出顧日

平成10年9月8日(1998.9.8)

東京都千代田区丸の内3丁目1番1号

(72)発明者 畑 一志

千葉県市原市姉崎海岸24番地4

(72)発明者 清木 啓通

千葉県市原市姉崎海岸24番地4

(74)代理人 100081765

弁理士 東平 正道

Fターム(参考) 4H104 BA02A CJ13C FA02A EA06A EA06C LA09 PA02 PA03

#### (54) 【発明の名称】 潤滑油組成物

#### (57)【要約】

溶解性の高い基油を用いた場合、高温下 【課題】 でも安定した消泡性を与える潤滑油組成物を提供する。 【解決手段】 粘度比重恒数(VGC)が0.85以上 である炭化水素系合成油を基油とし、該基油に15℃に おける密度が1.15g/cm3以上であるポリフルオ ロアルキルシロキサンを、組成物全量基準で、5~30 重量ppm配合してなる潤滑油組成物である。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 粘度比重恒数 (VGC) が0.85以上である炭化水素系合成油を基油とし、該基油に15℃における密度が1.15g/cm³以上であるポリフルオロアルキルシロキサンを、組成物全量基準で、5~30重量ppm配合してなる潤滑油組成物。

【請求項2】 ボリフルオロアルキルシロキサンがポリフルオロアルキルメチルシロキサンである請求項1記載の潤滑油組成物。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は潤滑油組成物に関し、さらに詳しくは、高温下でも安定した消泡性が得られる自動車用変速機油として好適な潤滑油組成物に関する。

#### [0002]

【従来の技術】自動車用変速機(手動、自動、CVT)油は小型・軽量化、大容量化の傾向にある。このような傾向は、潤滑条件を高負荷・高面圧、高速・高回転数とし、剪断や攪拌による発熱、あるいは摩擦熱による発熱を促し、潤滑油に対する熱負荷増大をもたらすと同時に、潤滑油のバルク温度を高くする。油温100℃以上で使用されることも多い。

【0003】ところで、該自動車用変速機油は、高温下、高速回転による攪拌や、ポンプからの油の高速噴射、潤滑部分からの遠心力による油の高速飛散などにより油中に空気を取り込み易くなり、発泡の原因ともなっている。従来の変速機油は、ほとんどが鉱油を基油としており、この場合、消泡剤はポリジメチルシロキサンが使用され、100℃を超える高温下でも十分な消泡効果が得られていた。

【0004】しかし、近年、ベルトドライブCVTやトラクションドライブCVTが用いられるようになり、基油として合成ナフテン基油が用いられるようになってきており、合成ナフテン基油に消泡剤としてポリジメチルシロキサンを配合した油は、100℃以下の低温では、鉱油系潤滑油に対してと同様、良好な消泡効果を示すが、100℃以上の高温では消泡効果は得られず、場合によっては発泡性を高めることすらある。高温での消泡性の失効は、油膜切れによる潤滑トラブルや油圧システム系の制御の乱れを招きかねない。このような高温における消泡性の失効は、高温ではポリジメチルシロキナンが合成ナフテン基油に溶解するために起こると推定される。したがって、溶解性の高い基油を用いても、高温下でも安定した消泡性を与える潤滑油が望まれている。【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記観点からなされたもので、溶解性の高い基油を用いた場合、高温下でも安定した消泡性を与える潤滑油組成物を提供することを目的とするものである。

#### 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、消泡剤として特定のボリフルオロアルキルシロキサンを使用することにより本発明の目的を効果的に達成しることを見出し本発明を完成したものである。すなわち、本発明は、粘度比重恒数(VGC)が0.85以上である炭化水素系合成油を基油とし、該基油に15℃における密度が1.15g/cm³以上であるポリフルオロアルキルシロキサンを、組成物全量基準で、5~30重量ppm配合してなる潤滑油組成物を提供するものである。

#### [0007]

【発明の実施の形態】以下に、本発明を詳細に説明する。先ず、本発明の潤滑油組成物においては、基油として粘度比重恒数(Viscosity-Gravity Constant,以下VGCという)が0.85以上である炭化水素系合成油が使用される。このVGCとは、ASTM D2501-91で定義されているように下記の式で表される。

#### [0008]

#### 【数1】

$$VGC = \frac{G \cdot 0. \ 0.664 - 0. \ 1154 \log (V - 5. \ 5)}{0.94 - 0.109 \log (V - 5. \ 5)}$$

【0009】ここで、Gは15℃における密度(g/cm³)を示し、Vは40℃における動粘度(mm²/s)を示す。VGCは本来鉱油に適用されるものであるが、合成油についても適用できることがわかり本発明で採用した。VGCは数値が大きくなるにつれて炭化水素の性質がパラフィン性からナフテン性に移行するもので、添加剤の溶解性が大きくなる。

【0010】 VGCが0.85以上の炭化水素系合成油としては、例えば、1ーシクロヘキシルー1ーデカリルエタン;1.3ージシクロヘキシルー1,1.3ートリメチルプロパン;1,3ージシクロヘキシルペンタン;1,2ービス(メチルシクロヘキシル)ー2ーメチルプロパン;2.4ージシクロヘキシル)ー2ーメチルプロパン;2.4ージシクロヘキシル)ー2ーメチルプロパン;2.4ージシクロヘキシルー2ーメチルペンタン;二量化ノルボルナン類の水素化物(特開平7ー103387号公報)等の脂環式化合物を好適に挙げることができる。低粘度で高密度の物理性状を有し、かつ高トラクション係数特性を有している点で、VGCは0.85~1.0の範囲のものが好ましい。これらの基油は、それぞれ単独で、あるいは「種以上を組み合わせて使用することができる。

【0011】次に、基油に配合される消泡剤のポリフルオロアルキルシロキサンについて説明する。該ポリフルオロアルキルシロキサンはフルオロアルキル基を有するシロキサンのポリマーで、例えば下記式(I)~(III)

で表される。 【0012】 【化1】

[0013]

[0014] 
$$\begin{array}{c} R & R^{+} & R & R^{-} \\ R - Si - O \cdot (-Si - O -) - (-Si - O -) - Si - R & \cdot \cdot \cdot & (111) \\ R & R & R & R & R & \end{array}$$

【0015】式(I)~(III)において、Rはメチル基、エチル基、プロピル基等のアルキル基、フェニル基等のアリール基を示すが、消泡効果の点でメチル基であるボリフルオロアルキルメチルシロキサンが好ましい。また、 $R^1$  は炭素数10以下のフルオロアルキル基を示すが、その構造は特に限定されないが、調製のしやすさ等から3, 3, 3-トリフルオロプロピル基が好ましい。

【00016】m, n, p及びqは1, 000以下の整数 であり、粘度に対応する値である。粘度については、40 (における動粘度が $40\sim1$ , 000  $mm^2$   $\angle$ s  $\pi$  の範囲であるのが好ましい。40  $mm^2$   $\angle$ s 未満では、消泡効果が小さい場合があり、1, 000  $mm^2$   $\angle$ s を越えると、密度が大きくなり、基油に配合したとき沈降分離する場合があり好ましくない。

【0017】密度は、15℃において、1.15以上である必要があり、1.15未満であると消泡効果がなく好ましくない。1.20以上が好ましい。このポリフルオロアルキルシロキサンは単独で、あるいは二種以上を組み合わせて使用することができる。その配合量については、基油に、組成物全量基準で、5~30重量ppmで配合される。5重量ppm未満では、消泡効果がなく、30重量ppmを超えると、量に見合った効果がみられない。

【①①18】本発明の潤滑油組成物は、通常、消泡剤のボリフルオロアルキルシロキサンを予め基油に約1重量 "o配合し、市販のホモミキサーあるいはホモジナイザーで10μm以下に微細化分散した濃縮液とした後、基油

に所定量配合することにより調製することができる。本発明の潤滑油組成物は、基油に、ポリフルオロアルキルシロキサンを配合することにより得られるが、通常潤滑油の特性向上のため、公知の酸化防止剤、清浄剤、分散剤、摩擦調整剤、極圧剤、摩耗防止剤、錆止め剤、金属不活性化剤などを本発明の目的を阻害しない範囲で適宜配合することができる。これらその他の添加剤の全配合量は、組成物全量基準で、0.05~15重量%の範囲が好ましい。

#### [0019]

【実施例】次に、本発明を実施例によりさらに詳しく説 明するが、本発明はこれらの例によってなんら限定され るものではない。

実施例1~6比較例1~5及び参考例1

第1表の通り基油に、各添加剤を配合し実施例及び比較例の潤滑油組成物を調製した。その潤滑油組成物を下記の要領で消泡性を評価した。その結果を第1表に示す。 【0020】消泡性の評価法

循環泡立ち試験機〔日本トライボロジー学会、トライボロジー会議予稿集(東京 1998-5)p290参照〕を用い評価した。250m1の試料油を試験油温に保持しポンプで2リットルー分循環させ、一定の高さのノズル(コーン式、 $\phi1-2mm$ )から油面に30秒間噴射させた。噴射停止5秒後の油面上の泡立ち量(泡の高さ)を測定し、その量で評価した。試験油温は、40で、100で、140でとした。

[0021]

【表1】

第1表-1

|   |   | 実施例 1             | 実施例2              | 実施例3              | 実施例 4             |
|---|---|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| 配 | 基油1(重電%)*1<br>基油2(重量%)*2                                      | 残部                | 残部                | 残部                | 残部                |
| 合 | 添加剤 1 (重量ppm) *3<br>添加剤 2 (重量ppm) *1                          | 1 0               | <br>5             | 1 0               | 3 0               |
| 割 | 添加剤 3 (重量ppm) *5  添加剤 4 (重量ppm) *5  添加剤 5 (重量ppm) *7          | ·                 | _                 | <u> </u>          | -                 |
| 合 | ※加剤6 (重量ppm) *8 その他の添加剤 (重量%) *9                              | 6. 32             | 6. 32             | 6.32              | 6. 32             |
| 包 | 立ち油量 (m l) @ 40°C<br>いち油量 (m l) @ 100°C<br>立ち油量 (m l) @ 140°C | 3 5<br>4 0<br>4 0 | 4 0<br>4 0<br>4 5 | 4 0<br>4 b<br>4 0 | 4 0<br>4 5<br>4 0 |

[0022]

【表2】

第1表-2

|   |   | 実施例5              | 実施例 6             | 比較例1                | 比較例2                |
|---|---|-------------------|-------------------|---------------------|---------------------|
| 配 | 基油1 (重量%) *1<br>基油2 (重量%) *2  | 残部                | 残部                | 残部                  | 残部                  |
| 습 | 添加剤 1 (重量ppm) **  <br>  添加剤 2 (重量ppm) **  <br>  添加剤 3 (重量ppm) **    | 1 0               | 1 0<br>-          | -                   |                     |
| 割 | 添加剤4 (重量ppm) *6<br>添加剤5 (重量ppm) *7<br>添加剤6 (重量ppm) *8               |                   |                   | 1 0                 | 3.0                 |
| 合 | その他の添加剤 (重量%) **  | 6. 32             | 6. 32             | 6. 32               | 6. 32               |
| 泡 | 立ち油量(m l)@40℃<br>立ち油量(m l)@100℃<br>立ち油量(m l)@100℃<br>立ち油量(m l)@140℃ | 3 5<br>4 0<br>4 0 | 3 5<br>4 0<br>4 0 | 4 0<br>8 0<br>2 7 0 | 4 5<br>9 0<br>2 6 0 |

[0023]

【表3】

第1表-3

|   |  | 比較例3                | 比較例4                | 比較例5                | 参考例1                  |
|---|--|---------------------|---------------------|---------------------|-----------------------|
| 配 | 基油1 (重量%) *1<br>基油2 (重量%) *2                             | 残部                  | 残部                  | 残部                  | 残部                    |
| 合 | 添加剤 1 (重量ppm) *3<br>添加剤 2 (重量ppm) *4<br>添加剤 3 (重量ppm) *5 |                     | <br><br>-           |                     |                       |
| 割 | 添加剤4 (重量ppm) ** 添加剤5 (重量ppm) ** 添加剤6 (重量ppm) **          | 10                  | 1 0                 | -<br>1 0            |                       |
| A | その他の添加剤(重量%)。。   | 6. 32               | 6. 32               | 6. 32               | 6. 32                 |
| 泡 | 立ら抽量 (ml) @40℃<br>立ら抽量 (ml) @100℃<br>立ら抽量 (ml) @140℃     | 4 0<br>7 0<br>2 6 0 | 4 0<br>6 0<br>2 4 0 | 5 0<br>8 0<br>1 7 0 | 6 0<br>3 1 0<br>2 7 0 |

【0024】(注)

\*1 1-シクロヘキシル-1-デカリルエタン(VG C:0.904)

\*2 1,3-ジシクロヘキシル-1,1,3-トリメ チルプロバン(VGC;0,861)

\*3 ポリフルオロアルキルメチルシロキサン(15℃ における密度1.22、40℃における動粘度54mm s)

\*4 ポリフルオロアルキルメチルシロキサン (15℃ における密度1.28、40℃における動粘度503m m² s)

\*5 ポリフルオロアルキルメチルシロキサン (15℃ における密度1.31、40℃における動粘度707m m<sup>2</sup> s)

\*6 ポリジメチルシロキサン(15℃における密度 0.98、100℃における動粘度3,850mm² / s)

\*7 ポリジメチルシロキサン(15℃における密度 0.98、100℃における動粘度29,720mm<sup>2</sup> s) \*8 ポリフルオロアルキルメチルシロキサン (15℃ における密度1.09、40℃における動粘度73mm <sup>2</sup> /s)

なお、\*3~\*8の添加剤はいずれも信越化学工業 (株)製である

\*9 酸化防止剤〔4、4・メチレンビス(2、6・ジ tert・ブチルフェノール)0、5重量%、4、4・ ジオクチルジフェニルアミン0、5重量%〕1重量% 無灰系分散剤(ポリブテニルコハク酸イミド;ポリブテ ニル基の分子量950)2重量%

摩擦調整剤(オレイン酸モノグリセリド)〇.3重量% 金属不活性化剤(1,2~ベンゾトリアゾール)〇.0 2重量%

極圧剤〔ジ(オクチルチオエチル)亜リン酸〕3重量% 【0025】

【発明の効果】本発明の潤滑油組成物は、溶解性の高い 基油を用いた場合、高温下でも安定した消泡性を与える もので、特に自動変速機油、トラクション油、歯車油と して好適である

\_\_\_\_\_\_

フロントページの続き

(51) Int. CL.7 **識別記号** C 1 O N 40:04 FI (参考)